

14 JUL 2004
#2

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 14 FEB 2003

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 01 354.3

Anmeldetag: 16. Januar 2002

Anmelder/Inhaber: Cognis Deutschland GmbH & Co KG, Düsseldorf/DE

Bezeichnung: Alkyl- und/oder Alkylenoligoglycosid-Betainesterquats

IPC: A 61 K 7/50

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der
ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 18. Oktober 2002
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Agurks

Alkyl- und/oder Alkylenoligoglycosid-Betainesterquats

Zusammenfassung

Vorgeschlagen werden Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I)



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

Patentanmeldung

C 2570

Alkyl- und/oder Alkylenoligoglycosid-Betainesterquats

14. Januar 2002

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, ein Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung als Emulgator, Haarconditioner und Wäscheweichspüler.

Stand der Technik

Kationische Tenside, wie beispielsweise Esterquats, gewinnen aufgrund ihrer ausgezeichneten ökotoxikologischen Eigenschaften sowohl für den Bereich der Wäscheweichspülmittel als auch für kosmetische Anwendungen zunehmend an Bedeutung. In kosmetischen Zubereitungen können sie dabei sowohl in Emulsionen und Lotionen zur Hautpflege wie auch in tensidischen Mitteln, wie beispielsweise Shampoos, Duschbädern, Spülungen, Conditionern und dergleichen, für die Haarpflege enthalten sein. Im Markt besteht nach wie vor der Bedarf neue kationische Tenside zur Verfügung zu stellen, die sich aus natürlichen Rohstoffquellen gewinnen lassen und eine hohe Hydrophilie aufweisen im Vergleich zu nur aus Alkylketten aufgebauten Verbindungen (z.B. Cetyltrimethylammoniumchlorid). Dabei sollte diese höhere Hydrophilie nicht durch Einführung von Alkoxidgruppen erzielt werden, um unter anderem eine geringere Umweltbelastung zu erzielen.

Die Aufgabe der Erfindung hat folglich darin bestanden, neue kationische Tenside sowie ein Verfahren zu ihrer Herstellung zur Verfügung zu stellen, die sich aus einer natürlichen Rohstoffquelle herstellen lassen, ethylenoxid- und/oder propylenoxidfrei sind und damit eine geringere Umweltbelastung darstellen.

Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I)



(I)

in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, bei dem man Alk(en)yloligoglycoside der Formel (II),



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, mit einer α -Halogencarbonsäure der Formel (III),



in der R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und X für Halogen steht, und anschließend mit tertiären Aminen der Formel (IV),



in der R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht, umgesetzt.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass man Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats als neue kationische Zuckertenside durch Umsetzung von Alk(en)yloligoglycosiden mit α -Halogencarbonsäure und tertiären Aminen herstellen kann. Besonders vorteilhaft ist, dass sich diese neuen Tenside aus einer natürlichen Rohstoffquelle ableiten; ethylenoxid- und/oder propylenoxidfrei sind und damit eine geringere Umweltbelastung darstellen. Darüber hinaus sollten die neuen kationischen Tenside eine hohe Hydrophilie aufweisen. Darüber eignen sich diese Verbindungen als Conditioner für die Haare (Haarspülung) und für Textilien (Wäscheweichspüler).

Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats

Die vorliegende Erfindung betrifft Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats [Alk(en)yl = Alkyl- und/oder Alkenyl] der Formel (I)



(I)

in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) eingesetzt, in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 und R^3 für H oder eine CH_3 -Gruppe und vorzugsweise H, R^4 und R^5 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und vorzugsweise für eine CH_3 - oder für eine Hydroxyethyl-Gruppe, R^6 für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung werden Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) eingesetzt, in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 und R^3 für H, R^4 und R^5 für eine CH_3 - oder für eine Hydroxyethyl-Gruppe, R^6 für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.

Die erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats werden in oberflächenaktiven Zubereitungen, vorzugsweise in Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel sowie kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen in Mengen von 0,01 bis 60, vorzugsweise 0,05 bis 30 und insbesondere 2,5 bis 20 Gew.-% – bezogen auf den Aktivsubstanzzgehalt – eingesetzt.

Herstellung von Alk(en)ylglycerinethercarbonsäuren

Die erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats werden durch Umsetzung von Alk(en)yloligoglycosiden der Formel (II) mit α -Halogen-carbonsäuren der Formel (III) und tertiären Aminen der Formel (IV) erhalten. Die bevorzugten Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, die über diese Umsetzung erhalten werden können, wurden bereits im vorherigen Kapitel aufgeführt.

Alkyl- und Alkenyloligoglykoside stellen bekannte nichtionische Tenside dar, die der Formel (II) folgen,



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht. Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie erhalten werden. Stellvertretend für das umfangreiche Schrifttum sei hier auf die Übersichtsarbeit von Biermann et al. in *Starch/Stärke* **45**, 281 (1993), B. Salka in *Cosm.Toll.* **108**, 89 (1993) sowie J. Kahre et al. in *SÖFW-Journal* Heft 8, 598 (1995) verwiesen.

Die Alk(en)yloligoglykoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alk(en)yloligoglykoside sind somit Alk(en)yloligoglucoside. Die Indexzahl n in der allgemeinen Formel (II) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP), d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während n einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muss und hier vor allem die Werte $n = 1$ bis 6 annehmen kann, ist der Wert n für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alk(en)yloligoglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad n von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alk(en)yloligoglykoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt. Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R^1 kann sich vorzugsweise von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelenschen Oxosynthese erhalten werden. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside der Kettenlänge C_8 - C_{10} (DP = 1 bis 3), die als Vorlauf bei der destillativen Auftrennung von technischem C_8 - C_{18} -Kokosfettalkohol anfallen und mit einem Anteil von weniger als 6 Gew.-% C_{12} -Alkohol verunreinigt sein können sowie Alkyloligoglucoside auf Basis technischer $C_{9/11}$ -Oxoalkohole (DP = 1 bis 3). Der Alk(en)ylrest R^1 kann sich ferner vorzugsweise von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoylelalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Besonders bevorzugt sind Alkyloligoglucoside auf Basis von gehärtetem $C_{12/14}$ -Kokosalkohol mit einem DP von 1 bis 3.

α -Halogencarbonsäuren sind nach den einschlägigen Verfahren der organischen Chemie erhältlich und folgen der Formel (III),



in der R² für H oder eine CH₃-Gruppe, R³ für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und X für Halogen steht. In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung stehen R² und R³ für H oder eine CH₃-Gruppe und insbesondere für H. Insbesondere wird α -Halogenessigsäure, wie beispielsweise Monochloressigsäure eingesetzt.

Tertiären Aminen, die im Sinne der Erfindung eingesetzt werden können, folgen der Formel (IV),



in der R⁴, R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht. In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung stehen R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und R⁶ für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung stehen R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander für eine CH₃- oder eine Hydroxyethylgruppe und R⁶ für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 und vorzugsweise für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen.

Dementsprechend kann sich das tertiäre Amin von kurzkettigen, tertiären Aminen, vorzugsweise Dimethylethanolamin, Triethanolamin und Methyldiethanolamin oder langkettigen Aminen, vorzugsweise Dimethylkokosamin, Dimethylauryamin und Dimethyltalgamin ableiten.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen wird das Alk(en)yloligoglycosid zuvor bis zu einem Wassergehalt von maximal 5, vorzugsweise maximal 4 Gew.-% – bezogen auf den Aktivsubstanzengehalt des Alk(en)yloligoglycosids – getrocknet und anschliessend zur Umsetzung in einem Reaktionsbehälter vorgelegt. Im Anschluss wird das Alk(en)yloligoglycosid mit der α -Halogen-carbonsäure im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1 : 3 und vorzugsweise 1 : 1 bis 1 : 1,5 unter Zusatz von bis zu 50 % eines organischen Lösungsmittels bezogen auf den Gesamtansatz bei einer Temperaturen von 100 bis 130 und vorzugsweise 115 bis 120 °C unter Wasserabscheidung für 5 bis 13 h und vorzugsweise 7 bis 12 h verestert. Vorzugsweise werden als organisches Lösungsmittel Toluol, Benzol und Xylol und insbesondere Toluol eingesetzt. Im Anschluss daran wird das erhaltene Reaktionsprodukt mit einem tertiären Amin der Formel (IV) im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1 : 3 und vorzugsweise 1 : 1 bis 1 : 1,5 bei einer Temperatur von 70 bis 100 und vorzugsweise 80 bis 90 °C umgesetzt. Hierbei wird das tertiäre Amin zuvor

mit soviel organischem Lösungsmittels versetzt, dass eine gut rührfähige Reaktionsmischung vorliegt. Die Reaktion war mit Erreichen der theoretischen Menge an freiwerdendem anorganischen Halogenid abgeschlossen. Üblicherweise betragen die Reaktionszeiten 30 Minuten bis 3 Stunden und vorzugsweise 50 Minuten bis 1,5 Stunden.

Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats können durch Zusatz von Wasser auf beliebige Konzentrationen eingestellt werden, wobei der Wassergehalt vorzugsweise 20 bis 85, besonders bevorzugt 20 bis 75 und insbesondere 50 bis 70 Gew.-% betragen kann.

Die erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats können als Tenside in oberflächenaktiven Zubereitungen verwendet werden. Unter oberflächenaktiven Zubereitungen werden im Sinne der Erfindung vorzugsweise Wasch- und Spül- und Reinigungsmittel sowie kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen und insbesondere kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen verstanden. Insbesondere können die erfindungsgemäßen Produkte in Haarconditionern und Wäscheweichspülmitteln eingesetzt werden. Diese oberflächenaktiven Zubereitungen können als weitere Hilfs- und Zusatzstoffe Perlglanzwachse, Konsistenzgeber, Verdickungsmittel, Überfettungsmittel, Stabilisatoren, Siliconverbindungen, Fette, Wachse, Antioxidantien, Antischuppenmittel, Quellmittel, Tyrosinhibitoren, Hydrotrope, Solubilisatoren, Konservierungsmittel, Parfümöle, Farbstoffe, weitere Tenside sowie weitere typische Inhaltsstoffe, wie sie beispielsweise in Wasch- Spül und Reinigungsmitteln vorkommen, enthalten. Als kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen kommen vorzugsweise Mund- und Zahnpflegemittel, Haarshampoos, Haarlotionen, Schaumbäder, Duschbäder, Cremes, Lotionen, Gele, Emulsionen, Wachs/Fett-Massen, Stiftpräparaten oder Salben in Frage. Diese oberflächenaktiven Zubereitungen können neben den erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats weitere aus dem Stand der Technik für die jeweilige Anwendung typischen Inhaltsstoffe in üblichen Konzentrationen enthalten.

Die erfindungsgemäßen Mittel zeigen nicht nur conditionierende [Conditioner für Haare (Haarspülung) und Textilien (Wäscheweichspüler)] sondern darüber hinaus ebenfalls schäumende und reinigende Eigenschaften. Darüber hinaus können höherkettige Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats wie beispielsweise C_{16/18}-Oligoglycosid-Betainesterquats emulgierende Eigenschaften aufweisen und somit in kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen eingesetzt werden. Weitere Gegenstände der Erfindung sind somit auf die Verwendung der erfindungsgemäßen Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats als Conditioner für die Haare, als Weichspüler und als Emulgator gerichtet. Insbesondere können C_{16/18}-Alkyloligoglycosid-Betainesterquats als Emulgatoren in allen dem Fachmann bekannten Emulsionstypen verwendet.

Typische kosmetische und/oder pharmazeutische Reinigungsmittel weisen vorzugsweise folgende Zusammensetzung auf – bezogen auf den Aktivsubstanzgehalt – :

- (a) 0,05 bis 20, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 18 Gew.-% Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats,
 - (b) 0,05 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 7,5 Gew.-% Betaine und gegebenenfalls
 - (c) 0 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 7,5 Gew.-% Aniontenside
- mit der Maßgabe, dass sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Typische flüssige Wasch- und Spülmittel, Reinigungsmittel weisen vorzugsweise folgende Zusammensetzung auf – bezogen auf den Aktivsubstanzgehalt – :

- (a) 2,5 bis 30, vorzugsweise 7 bis 25 und insbesondere 10 bis 20 Gew.-% Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats,
 - (b) 0,05 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 2,5 bis 7,5 Gew.-% Betaine und gegebenenfalls
 - (c) 2,5 bis 30, vorzugsweise 7 bis 25 und insbesondere 10 bis 20 Gew.-% Aniontenside
- mit der Maßgabe, dass sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Typische kosmetische und/oder pharmazeutische Emulsionen, weisen vorzugsweise folgende Zusammensetzung auf – bezogen auf den Aktivsubstanzgehalt – :

- (a) 0,05 bis 15, vorzugsweise 0,5 bis 10 und insbesondere 1 bis 5 Gew.-% Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats und vorzugsweise C_{16/18}-Alkyloligoglycosid-Betainesterquats,
 - (b) 3 bis 30, vorzugsweise 5 bis 20 und insbesondere 7 bis 15 Gew.-% Ölkörper und gegebenenfalls
 - (c) 0,5 bis 20 und vorzugsweise 2,5 bis 10 Gew.-% Konsistentgeber
- mit der Maßgabe, dass sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Beispiele

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn hierauf zu beschränken.

Beispiel 1:

(a) Herstellung von C_{12/14}-Alkyloligoglycosid-Chloressigsäureester

In einem 1l-Dreihalskolben wurden 214,0 (0,5 mol) eines mit Citronensäure neutralisierten und gefriergetrockneten (wasserfreien, 1,7 Gew.-% Wasser) C_{12/14}- Alkyloligoglycosids (Basis Plantacare 1200 UP; Fa. Cognis) mit 61,4 g (0,65 mol) Chloressigsäure unter Zusatz von 250 ml Toluol bei 115-120 °C unter Wasserabscheidung versetzt. Die Reaktion war nach 11,25 h beendet. Man erhielt 513,4 g eines dunkelgelben, trüben und flüssigen Produktes. Der Umsatz an Alkyloligoglycosid betrug 70,6 %.

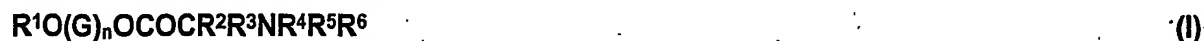
Säurezahl :	19,9
Verseifungszahl:	158,0
Freie Monoglucoside (GC)	8,1 %
Freie Diglucoside (GC)	4,6 %
Freie Triglucoside (GC)	0,8 %
Freie Tetraglucoside (GC)	0,3 %
Freie Pentaglucoside (GC)	0,1 %

(b) Herstellung des kationischen C_{12/14}-Alkyloligoglycosid-Betainesterquat

In einem 500-ml-Dreihalskolben wurden 29,0 (0,3 mol) des in (a) hergestellten C_{12/14}-Alkyloligoglycosid-Chloressigsäureesters mit 27,6 g (0,3 mol) N,N-Dimethylethanolamin in 220 g Toluol bei 80 °C umgesetzt. Die Reaktion war nach Erreichen der theoretischen Menge an freierwerdendem anorganischen Chlorid (2,82 %) nach 1,25 h abgeschlossen. Am Rotavapor wurde bei 60 bis 80 °C unter Vakuum (35 mbar) das Lösungsmittel Toluol abdestilliert. Das Produkt wurde mit Wasser auf eine Konzentration von 30 % Aktivsubstanz eingestellt. Es lag als dunkelbraunes, flüssiges Produkt vor.

Patentansprüche

1. Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I)



- in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.
- 2. Mittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass man Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) einsetzt, in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 und R^3 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^4 und R^5 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R^6 für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.
- 3. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und/oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass man Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats der Formel (I) einsetzt, in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10, R^2 und R^3 für H, R^4 und R^5 für eine CH_3 - oder für eine Hydroxyethyl- Gruppe, R^6 für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht.
- 4. Oberflächenaktive Zubereitungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats enthalten.
- 5. Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel sowie kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats in Mengen von 0,01 bis 60 Gew.-% – bezogen auf den Aktivsubstanzzgehalt – enthalten.

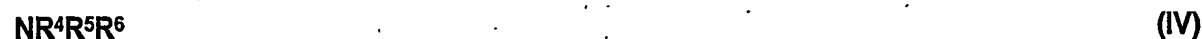
6. Verfahren zur Herstellung von Alk(en)yloligoglycosid-Betainesterquats, bei dem man Alk(en)yloligoglycoside der Formel (II),



in der R^1 für einen Alk(en)ylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, mit einer α -Halogencarbonsäure der Formel (III),



in der R^2 für H oder eine CH_3 -Gruppe, R^3 für H oder eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und X für Halogen steht, und anschließend mit einem tertiären Aminen der Formel (IV),



in der R^4 , R^5 und R^6 unabhängig voneinander für eine lineare und/oder verzweigte Alk(en)ylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen oder eine lineare und/oder verzweigte Hydroxyalkyl- und/oder Hydroxyalkenylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen steht, umsetzt.

7. Verwendung des Mittels nach Anspruch 1 als Emulgator.
8. Verwendung des Mittels als Conditioner für die Haare.
9. Verwendung des Mittels als Wäscheweichspüler.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.